

(19)



(11)

EP 4 542 156 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
23.04.2025 Patentblatt 2025/17

(21) Anmeldenummer: **23204086.5**

(22) Anmeldetag: **17.10.2023**

(51) Internationale Patentklassifikation (IPC):

F27B 14/04 ^(2006.01) **F27B 14/06** ^(2006.01)
F27B 14/10 ^(2006.01) **F27B 14/14** ^(2006.01)
F27B 14/20 ^(2006.01) **C22B 34/20** ^(2006.01)
F27B 17/02 ^(2006.01) **C22B 34/30** ^(2006.01)
C22B 34/10 ^(2006.01)

(52) Gemeinsame Patentklassifikation (CPC):

F27B 14/14; C22B 34/10; C22B 34/20;
C22B 34/30; F27B 14/04; F27B 14/06; F27B 14/10;
F27B 14/20; F27B 17/02; F27D 99/0006;
F27D 2099/0031

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC ME MK MT NL
NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

BA

Benannte Validierungsstaaten:

KH MA MD TN

(71) Anmelder: **Barenberg Special Materials GmbH**
38259 Salzgitter (DE)

(72) Erfinder:

- **GERK, Christian**
38729 Langelsheim (DE)
- **YAN-GERK, Liang**
38729 Langelsheim (DE)
- **GERK, Julius**
38729 Langelsheim (DE)

(74) Vertreter: **Gramm, Lins & Partner**
Patent- und Rechtsanwälte PartGmbH
Frankfurter Straße 3c
38122 Braunschweig (DE)

(54) **HOCHTEMPERATUR-VORRICHTUNG, INSBESONDERE
HOCHTEMPERATUR-SCHMELZVORRICHTUNG ZUM SCHMELZEN INSBESONDERE EINES
REFRAKTÄRMETALLS ODER EINER REFRAKTÄRMETALLVERBINDUNG**

(57) Die Erfindung betrifft eine Hochtemperatur-Vorrichtung (10), insbesondere Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) zum Schmelzen insbesondere eines Refraktärmetalls oder einer Refraktärmetalloverbindung, mit einem ersten Tiegel (14), einem zweiten Tiegel (14), zumindest einem dritten Tiegel (14), einer Kühlvorrichtung (18) zum Kühlen des zumindest einen Tiegels (14), zumindest einem Heizer (24), der ausgebildet ist zum Erhitzen eines Tiegelinhalts (48), und einem Schutzgasausbringer (37) zum Erzeugen einer Schutzgasatmosphäre im Tiegel (14), wobei der Heizer (24) ausgebildet ist zum parallelen und/oder seriellen Erhitzen eines Tiegelinhalts (48) bestehend aus dem Refraktärmetall oder der Refraktärmetalloverbindung.

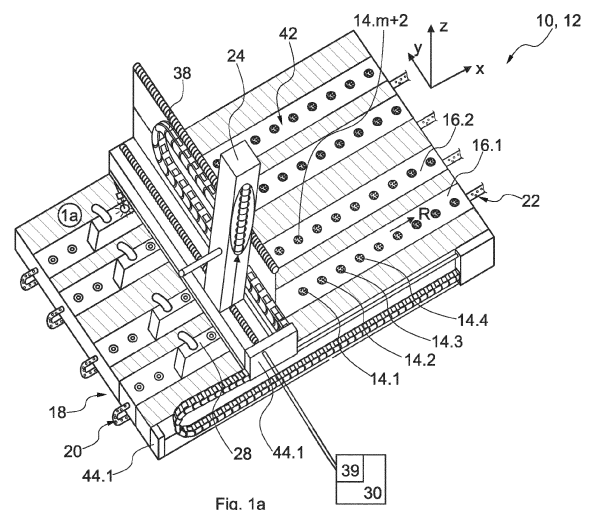


Fig. 1a

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung, insbesondere zum Schmelzen eines Refraktärmetalls oder einer Refraktärmetallverbindung. Gemäß einem zweiten Aspekt betrifft die Erfindung ein Verfahren zum Herstellen von Refraktärmetallpartikeln, Refraktärmetallkarbid, oder -borid.

[0002] Unter Refraktärmetalle werden die chemischen Elemente Titan, Zirkonium, Hafnium, Vanadium, Niob, Tantal, Chrom, Molybdän und Wolfram verstanden. Diese sind hoch schmelzend, haben also einen Schmelzpunkt oberhalb des Schmelzpunktes von Platin (1772°C) und sind unedel, das heißt, sie haben ein negatives Standardpotenzial bezüglich der Normal-Wasserstoffelektrode. Reagieren sie bei hohen Temperaturen in der Regel mit Sauerstoff und sind daher schwer verarbeitbar.

[0003] Aus der DE 44 20 496 A1 und der DE 36 08 693 A1 sind Verfahren zur schmelzmetallurgischen Herstellung von Hartstoffen bekannt, bei dem die Einsatzstoffe mittels einer Plasmaflamme geschmolzen werden und im geschmolzenen Zustand auf eine rotierende Scheibe getropft werden. Hierbei kühlt die aus dem rotierenden Tiegel herausgeschleuderte Schmelze im Flug ab. Diese Kühlstrecken erfordern voluminöse, gekapselte und mit Schutzgas gespülte Apparaturen, um das Ankleben der Partikel an den Reaktorwänden und Gasreaktionen zu verhindern. Dies wirkt sich nachteilig auf die operativen Prozesskosten sowie den Investitionsbedarf aus.

[0004] Aus dem Buch "Hartstoffe und Hartmetalle" von R. Kieffer et al, Springer-Verlage 1953, sind zudem Verfahren bekannt, bei denen das zu schmelzende Material in einem Graphit-Tiegel aufgenommen ist. Nach dem Aufschmelzen wird die Schmelze in, zumeist gekühlte, Formen abgegeben. Aus Wirtschaftlichkeitsgründen wird der Graphit-Tiegel möglichst groß gewählt, um die Fläche, in der die Schmelze Kontakt mit der Umgebung hat, möglichst klein im Verhältnis zum Volumen der Schmelze zu halten. Nachteilig an solchen Verfahren ist die potentielle Verunreinigung der Schmelze mit Kohlenstoff aus dem Graphit-Tiegel.

[0005] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Nachteile im Stand der Technik zu vermindern, insbesondere Energieverbrauch zu vermindern.

[0006] Die Erfindung löst das Problem durch eine Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung zum Schmelzen insbesondere eines Refraktärmetalls oder einer Refraktärmetallverbindung, mit (a) einem ersten Tiegel, (b) einem zweiten Tiegel, (c) zumindest einem dritten Tiegel, (d) einer Kühlvorrichtung zum Kühlen des zumindest einen Tiegels, (e) zumindest einem Heizer, der ausgebildet ist zum Erhitzen eines Tiegelinhalts, und (f) einem Schutzgasausbringer zum Erzeugen einer Schutzgasatmosphäre im Tiegel, (g) wobei der Heizer ausgebildet ist zum parallelen und/oder seriellen Erhitzen eines Tiegelinhalts bestehend aus dem Refraktärmetall oder der Refraktärmetallverbindung.

[0007] Gemäß einem zweiten Aspekt löst die Erfindung das Problem durch ein Verfahren zum Schmelzen oder Herstellen von Refraktärmetalle, Refraktärmetallpartikeln oder einer Refraktärmetallverbindung, insbesondere einem Refraktärmetallkarbid oder einem Refraktärmetallborid, mit den Schritten (a) Einbringen von Ausgangsmaterial aus Refraktärmetall oder zumindest einer Refraktärmetallverbindung, insbesondere Wolfram, Wolframkarbid, Mischung aus Wolfram und Kohlenstoff in zumindest drei Tiegel, die Tiegel zur Umgebung offen sind, als Tiegelinhalt, (b) Kühlen der Tiegel, (c) Positionieren eines Heizers zu den Tiegeln, (d) Erhitzen des Tiegelinhalts mittels eines Heizers auf über 1772°C. Vorzugsweise wird (e) in die Tiegel jeweils höchstens 3 Gramm pro Quadratzentimeter Tiegelfläche und/oder höchstens Ausgangsmaterial eingebracht. Vorzugsweise werden (f) die zumindest drei Tiegel parallel und/oder seriell erhitzt. Die Tiegelfläche ist die Projektion des Tiegel-Innenraums, bevorzugt des aktiven Bereich der Innenseite des Tiegels, auf eine horizontale Ebene. Was unter dem aktiven Bereich zu verstehen ist, wird weiter unten erläutert.

[0008] Vorteilhaft an der Erfindung ist, dass die Schmelze in der Regel nicht mit Graphit verunreinigt werden kann. Bei der Erfindung wird - anders als bei bisherigen industriellen Verfahren zur Herstellung von Refraktärmetallen oder Refraktärmetallverbindungen - der Tiegel nicht vergrößert, sondern es werden im Gegenteil 3 oder mehr Tiegel verwendet, die seriell und/oder parallel beheizt werden. Aufgrund der dadurch erreichbaren kurzen Heizzeit, also der Zeit, während der der Heizer den Tiegelinhalt erhitzt, erwärmt sich die Tiegel-Innenseite so wenig, dass sie nicht anschnitzelt. Eine Verunreinigung der Schmelze wird so vermieden.

[0009] Vorteilhaft ist zudem, dass häufig eine hohe Energieeffizienz erreichbar ist. Durch die kurze Heizzeit kommt es zudem nur zu geringen Strahlungsverlusten. Die Strahlungsleistung steigt in vierter Potenz mit der Temperatur (Stefan-Boltzmann-Gesetz). Bei den zum Schmelzen von Refraktärmetallen notwendigen hohen Temperaturen ist die thermische Abstrahlung daher beträchtlich. Je kürzer die Zeit ist, zu der die hohen Temperaturen vorliegen, desto kürzer ist der Energieverlust durch Abstrahlung.

[0010] Vorteilhaft kann zudem sein, dass durch die Verwendung von drei oder mehr Tiegeln, in jedem Tiegel vergleichsweise wenig Tiegelinhalt vorhanden ist. Diese kühlt nach Beenden des Heizens schnell ab, sodass zumeist ein feinkörniges Gefüge erhalten werden kann.

[0011] Vorteilhaft kann zudem sein, dass jeder einzelne Heizvorgang, während dem der Heizer in Betrieb ist, vergleichsweise kurz ist. Vorzugsweise wird der Heizer für höchstens 20 Sekunden, insbesondere höchstens 15 Sekunden, besonders bevorzugt höchstens 10 Sekunden, insbesondere höchstens 8 Sekunden, durchgängig betrieben. Die Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung ist daher einfach im Teillast-Betrieb betreibbar.

[0012] Im Rahmen der vorliegenden Beschreibung wird unter einer Hochtemperatur-Vorrichtung insbesondere eine Vorrichtung verstanden, mittels der reproduzierbar mehrfach nacheinander der Tiegelinhalt auf zumindest 1772°C erhitzbar ist. Unter einer Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung wird insbesondere eine Hochtemperatur-Vorrichtung verstanden, mittels der zumindest ein Refraktärmetall, insbesondere Wolfram, geschmolzen werden kann. Es ist aber nicht notwendig, dass der Tiegelinhalt tatsächlich geschmolzen wird. Die Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung kann ein Hochtemperatur-Reaktor sein, in dem der Tiegelinhalt auf eine Temperatur von zumindest 1772°C, erhitzt werden kann, wobei es zu keinem Schmelzen des Tiegelinhalts kommt. Vorzugsweise ist die Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung ausgebildet zum Erhitzen des Tiegelinhalts auf zumindest 2000°C, insbesondere zumindest 2500°C, besonders bevorzugt zumindest 3000°C, insbesondere bevorzugt zumindest 3422°C.

[0013] Unter einem Tiegel wird insbesondere eine Struktur verstanden, die ausgebildet ist zum wiederholten Aufnehmen von zu schmelzendem, sublimierendem oder zur Reaktion zu bringendem Ausgangsmaterial und des entstehenden Produkts, insbesondere der Schmelze, ohne dass der Tiegel dabei zerstört wird. Vorzugsweise ist der Tiegel, zumindest auf seiner der Tiegel-Innenseite zugewandten Oberfläche, graphitfrei.

[0014] Unter einer Kühlvorrichtung wird eine Vorrichtung verstanden, mittels der eine Temperatur des zumindest einen Tiegels soweit gesenkt werden kann, dass der Tiegel unbeschädigt bleibt. Vorzugsweise ist die Kühlvorrichtung ausgebildet zum Kühlen des zumindest einen Tiegels mittels eines Kühlfluids, insbesondere einer Kühlflüssigkeit.

[0015] Unter einem Schutzgas wird insbesondere ein Gas oder Gasgemisch verstanden, das nicht mit dem Tiegelinhalt reagiert. Insbesondere ist das Schutzgas nicht oxidierend. Vorzugsweise ist das Schutzgas ein Inertgas, beispielsweise ein Edelgas.

[0016] Unter einem Heizer wird eine Vorrichtung verstanden, mittels der der Tiegelinhalt erhitzbar ist. Vorzugsweise ist der Heizer ausgebildet zum flammenlosen Erhitzen des Tiegelinhalts. Beispielsweise ist der Heizer ein Plasmaheizer, der auch Plasmabrenner genannt werden könnte, oder ein Laser, beispielsweise einen Diodenlaser.

[0017] Unter dem Merkmal, dass der Heizer ausgebildet ist zum parallelen Erhitzen des Tiegelinhalts wird insbesondere verstanden, dass der Heizer so ausgebildet ist, dass zu zumindest zu einem Zeitpunkt zwei, drei oder mehr Tiegel gleichzeitig beheizt werden können. Unter dem Merkmal, dass der Heizer ausgebildet ist zum seriellen Erhitzen des Tiegelinhalts wird insbesondere verstanden, dass der Heizer relativ so zu zumindest zwei Tiegeln angeordnet ist, dass zunächst der eine Tiegel und danach der andere Tiegel mittels des Heizers beheizbar ist. Unter dem Merkmal, dass der Heizer relativ zu zumindest zwei Tiegeln bewegbar ist, wird insbesondere verstanden, dass entweder der Heizer oder der zumindest ein Tiegel oder der Heizer und der Tiegel bewegt werden.

[0018] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform besitzt der Heizer zumindest einen Plasmakopf zum Erzeugen eines thermischen Plasmas. Vorzugsweise besitzt der Heizer einen zweiten und zumindest einen dritten Plasmakopf.

[0019] Unter einem thermischen Plasma wird ein Plasma verstanden, bei dem die Ionen und Atome eine so hohe Temperatur haben, dass das Plasma sichtbares Licht aussendet. Vorzugsweise ist der Plasmakopf zum Erzeugen eines Lichtbogens ausgebildet.

[0020] Beispielsweise handelt es sich beim Plasmakopf um einen Wolfram-Inertgas-Brenner (WIG-Brenner). Ein Wolfram-Inertgas-Brenner hat einen thermischen Wirkungsgrad von über 94 % und ist daher gut geeignet zum energiesparenden Erhitzen des Tiegelinhalts.

[0021] Die Hochtemperatur-Vorrichtung umfasst vorzugsweise eine Positioniervorrichtung, die ausgebildet ist zum Bewegen zumindest eines Teils des Heizers, insbesondere des zumindest einen Plasmakopfs. Beispielsweise ist die Positioniervorrichtung ein Roboter oder ist ausgebildet zum geführten Bewegen des zumindest einen Plasmakopfs. Wenn der Heizer einen Laser umfasst, ist die Positioniervorrichtung vorzugsweise ausgebildet zum Leiten des Laserstrahls in jeweils einen, zwei oder mehr Tiegel.

[0022] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform ist der Heizer ausgebildet zum Erhitzen des Tiegelinhalts auf zumindest 1742°C, insbesondere zumindest 2000°C, besonders bevorzugt zumindest 2500°C, insbesondere bevorzugt zumindest 3000°C, insbesondere bevorzugt zumindest 3422°C.

[0023] Gemäß einer Ausführungsform sind die Tiegel zur Umgebung offen. Hierunter wird verstanden, dass die Tiegel nicht in einem gasdichten, insbesondere evakuierbaren, Gehäuse angeordnet sind. Eine solche Hochtemperatur-Vorrichtung ist besonders einfach zu bauen und zu betreiben.

[0024] Alternativ ist es möglich, dass der Tiegel, der Heizer und die Positioniervorrichtung in einem gasdichten Gehäuse untergebracht sind. Vorzugsweise ist der Schutzgasausbringer dann ausgebildet zum Erzeugen einer Schutzgasatmosphäre im Gehäuse. Vorteilhaft an einer solchen Bauform ist Schutzgas. Es ist möglich, nicht aber notwendig, dass das Gehäuse evakuierbaren ausgebildet ist und beispielsweise auf einen Innendruck von 10 hPa bringbar ist.

[0025] Der Tiegel hat eine Höhererstreckung und ist in der Regel in Höhererstreckung, also nach oben, offen, damit das Ausgangsmaterial in den Tiegel eingefüllt und das Produkt entnommen werden kann. Die Längenerstreckung verläuft in die Richtung, in die der Tiegel bezüglich eines horizontalen Querschnitts die größte Ausdehnung hat. Die Breitererstreckung verläuft in die Richtung senkrecht zur Längsrichtung und zur Höhenrichtung. Wenn der Querschnitt kreisförmig ist, kann die Längsrichtung beliebig gewählt werden.

[0026] Vorzugsweise hat der Tiegel bezüglich eines horizontalen Querschnitts in Breitenrichtung eine, insbesondere

aktive, Querschnittsfläche von höchstens 5 cm². Durch die geringe Querschnittsfläche kann eine kleine Menge an Ausgangsmaterial gut aufgenommen werden. Das wiederum ermöglicht ein schnelles Erhitzen des Ausgangsmaterials und Abkühlen des Produkts.

[0027] Unter der aktiven Querschnittsfläche wird wie folgt bestimmt: Zunächst wird der aktive Bereich der Innenseite des Tiegels bestimmt, also der Bereich, der beim Betrieb auf zumindest 1772°C erhitzt wird. Ist der Heizer ein Plasmaheizer, so ist der aktive Bereich derjenige Bereich der Innenoberfläche des Tiegels bestimmt, der an den Lichtbogen angrenzt, also auf den geladene Teilchen des Plasmas auftreffen. Der aktive Raumbereich ist derjenige Raumbereich, durch den die Verbindungslinien von jeweils zwei Punkten auf in dem Bereich führen. Der aktive Bereich ist damit die konvexe Hülle des aktiven Raumbereichs. Die aktive Querschnittsfläche ist die Fläche des Schnitts des aktiven Raumbereichs im entsprechenden Querschnitt. Durch die kleine, insbesondere aktive, Querschnittsfläche ergibt sich eine schnelle Erhitzung des Ausgangsmaterials.

[0028] Vorzugsweise hat der Tiegel eine lichte Breite B, insbesondere aktiven, Querschnitt von höchstens 5 cm, insbesondere höchstens 2,5 cm. Eine Tiefe des Tiegels beträgt vorzugsweise höchstens 5 cm, insbesondere höchstens 3 cm. Vorzugsweise beträgt die Tiefe zumindest 0,25 cm, insbesondere 0,5 cm.

[0029] Vorzugsweise ist der Tiegel zumindest auf einen Tiegel-Innenraum zugewandten Oberfläche aus einem thermischen Leiter aufgebaut. Vorzugsweise beträgt dessen Temperaturleitfähigkeit zumindest 60 mm²/s, insbesondere zumindest, besonders bevorzugt zumindest 100 mm²/s. Alternativ oder zusätzlich beträgt eine Wärmeleitfähigkeit zumindest 164 W/m*K, insbesondere 220 W/m*K. Als besonders geeignet haben sich Kupfer, Silber oder eine kupfer- und/oder silberhaltige Legierung herausgestellt. Alternativ oder zusätzlich beträgt die elektrische Leitfähigkeit des thermischen Leiters zumindest 19 Megasiemens pro Meter, insbesondere zumindest 40 Megasiemens pro Meter.

[0030] Gemäß einer Ausführungsform ist der Tiegel in Längserstreckung zumindest doppelt vorzugsweise zumindest fünfmal so groß, insbesondere zumindest zehnmal so groß, wie in Breitenerstreckung. Es ist auch möglich, dass der Tiegel quer zur Breitenerstreckung gebogen verläuft. Beispielsweise ist der Tiegel quer zur Breitenerstreckung zumindest abschnittsweise bogenförmig, insbesondere kreisbogenförmig, oder zumindest abschnittsweise spiralförmig.

[0031] Gemäß einer Ausführungsform hat der Tiegel quer zur Breitenerstreckung eine Länge, die zumindest doppelt, insbesondere zumindest fünffach, besonders bevorzugt zumindest zehnfach, so groß ist wie die lichte Breite. Beispielsweise kann der Tiegel als Rinne, beispielsweise bogenförmige, spiralförmige oder mäandrierende Rinne, ausgebildet sein.

[0032] Vorzugsweise ist die Positioniervorrichtung ausgebildet zum automatischen Bewegen des Heizers, insbesondere des Plasmakopfs, entlang des Tiegels während des Heizens. Umfasst der Heizer einen Laser, so ist die Positioniervorrichtung vorzugsweise ausgebildet zum automatischen Bewegen des Laserstrahls entlang des Tiegels während des Heizens. Vorzugsweise beträgt eine Geschwindigkeit, mit der der Plasmakopf oder der Laserstrahl entlang des Tiegels bewegt wird, zumindest 2,5 mm/s. Günstig ist es, wenn die Geschwindigkeit höchstens 250 mm/s beträgt.

[0033] Günstig ist es, wenn die Hochtemperatur-Vorrichtung eine Mehrzahl an Tiegeln aufweist, die in einer regelmäßigen 2-dimensionalen Anordnung angeordnet sind. Unter einer regelmäßigen Anordnung wird eine Anordnung verstanden, die zumindest eine räumliche Symmetrie aufweist, beispielsweise eine Translation- oder Rotationssymmetrie.

[0034] Günstig ist es, wenn der Tiegel als Vertiefung in einer Platte ausgebildet ist. Beispielsweise ist die Platte aus Kupfer, Silber oder einer kupfer- und/oder silberhaltigen Legierung. Die Platte kann aus einem einheitlichen Material oder mehrkomponentig aufgebaut sein. Beispielsweise kann die Platte eine Beschichtung aufweisen, beispielsweise aus einem thermisch leitfähigen Material. Alternativ kann die Platte mit einem hochschmelzenden Material beschichtet sein oder daraus bestehen.

[0035] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform weist die Hochtemperatur-Vorrichtung zwei oder mehr Platten auf, in denen jeweils Tiegel ausgebildet sind.

[0036] Beispielsweise kann die Platte zumindest an ihrer Oberfläche aus einem Plattenmaterial bestehen, dessen Schmelzpunkt oberhalb von 1500 °C, insbesondere oberhalb von 1770°C, besonders bevorzugt oberhalb von 1850 °C, insbesondere oberhalb von 2100 °C, besonders bevorzugt oberhalb von 3000 °C. Günstig ist es, wenn die Platte zumindest teilweise aus einem thermischen Leiter besteht, der vorzugsweise eine Wärmeleitfähigkeit von zumindest 100 W/m*K, insbesondere zumindest 150 W/m*K, beispielsweise zumindest 200 W/m*K, hat und mit dem oben genannten Plattenmaterial beschichtet ist. So ergibt sich eine einfache Herstellung bei gleichzeitig hoher Lebensdauer.

[0037] Vorzugsweise werden höchstens 50 g, insbesondere höchstens 25 g, besonders bevorzugt höchstens 10 g und/oder höchstens 5 cm³, insbesondere höchstens 2,5 cm³, besonders bevorzugt höchstens 1 cm³, an Ausgangsmaterial in den Tiegel eingefüllt.

[0038] Vorzugsweise besitzt die Hochtemperatur-Vorrichtung eine Einbringvorrichtung zum automatischen Einbringen von Ausgangsmaterial in den Tiegel. Vorzugsweise ist die Einbringvorrichtung ausgebildet zum Einbringen einer vorgegebenen Menge, insbesondere eines vorgegebenen Gewichts oder eines vorgegebenen Volumens, an Ausgangsmaterial in den Tiegel.

[0039] Vorzugsweise besitzt die Hochtemperatur-Vorrichtung eine Entnahmeverrichtung zum Entnehmen vom Produkt

aus dem Tiegel.

[0040] Günstig ist es, wenn die Hochtemperatur-Vorrichtung ausgebildet ist zum automatischen Durchführen eines Verfahrens mit den Schritten (i) Einbringen eines Ausgangsmaterials in den Tiegel, (ii) Positionieren des Plasmaheizers und eines Tiegels relativ zueinander, sodass der Tiegel-Innenraum in einem Plasmastrahlbereich des Plasmabrenners ist, (iii) Ansteuern des Plasmaheizers, sodass ein Tiegelinhalt im Tiegel geschmolzen wird und/oder chemisch reagiert und ein Produkt entsteht, (iv) Kühlen des Tiegels und ggf. (v) Entfernen des Produkts aus dem Tiegel. Beispielsweise besitzt die Hochtemperatur eine Steuerung, die ausgebildet ist zum Ansteuern der Einbringvorrichtung, des Heizers und der Positioniervorrichtung.

[0041] Wenn der Heizer einen Laser aufweist, ist die Hochtemperatur-Vorrichtung vorzugsweise ausgebildet zum automatischen Durchführen eines Verfahrens mit den Schritten (i) Einbringen eines Ausgangsmaterials in den Tiegel, (ii) Positionieren des Laserstrahls des Heizers und eines Tiegels relativ zueinander, sodass der Tiegel-Innenraum mittels des Laserstrahls heizbar ist, (iii) Ansteuern des Lasers, sodass ein Tiegelinhalt im Tiegel geschmolzen wird und/oder chemisch reagiert und ein Produkt entsteht, (iv) Kühlen des Tiegels und ggf. (v) Entfernen des Produkts aus dem Tiegel.

[0042] Wenn die Hochtemperatur-Vorrichtung ein Gehäuse aufweist, ist es günstig, wenn die Einbringvorrichtung eine Schleuse zum Einschleusen des Ausgangsmaterials und/ oder eine Schleuse zum Ausschleusen des Produkts aufweist. Alternativ oder zusätzlich kann die Einbringvorrichtung einen Ausgangsmaterial-Speicher für Ausgangsmaterial aufweisen, der innerhalb des Gehäuses angeordnet ist. Wiederum alternativ oder zusätzlich kann die Entnahmevorrichtung einen Produkt-Speicher aufweisen, der innerhalb des Gehäuses angeordnet ist.

[0043] Vorzugsweise ist die Hochtemperatur-Vorrichtung ausgebildet zum Ansteuern des Heizers, insbesondere des Plasmaheizers, sodass Ausgangsmaterial im Tiegel auf eine Temperatur erhitzt wird, die oberhalb einer Schmelztemperatur des Tiegelmaterials liegt, das dem Tiegel-Innenraum zugewandt ist. Durch das Kühlen des Tiegels schmilzt dieses Material jedoch nicht an.

[0044] Günstig ist es, wenn eine Ausgangsmaterialmenge an Ausgangsmaterial so gewählt ist, dass beim Schmelzen des Tiegelinhalts ein Schmelztropfen entsteht, dessen Oberfläche zu weniger als zwei Dritteln, insbesondere weniger als der Hälfte, an der Tiegel-Innenseite anliegt. Je kleiner die Ausgangsmaterialmenge, desto stärker wird die Oberflächenspannung relativ zur Gewichtskraft, sodass sich der Schmelztropfen bildet, der nur teilweise in Kontakt mit dem Tiegel steht. Auf diese Weise wird ein Wärmeeintrag in den Tiegel vermindert.

[0045] Günstig ist es, wenn der Schutzgasausbringer einen Schleppschuh aufweist. Unter einem Schleppschuh wird eine Vorrichtung verstanden, die Schutzgas, das aus einer Austrittsöffnung in Richtung auf den Tiegel austritt, an einer schnellen Durchmischung mit dem Umgebungsgas hindert bzw. diese Durchmischung verzögert.

[0046] Vorzugsweise umfasst das erfindungsgemäße Verfahren die Schritte des Befüllens der Tiegel mit Ausgangsmaterial und/oder des Entfernen von Endprodukt aus den Tiegeln. Vorzugsweise umfasst das Befüllen mit Ausgangsmaterial ein automatisches Entnehmen aus einem Ausgangsmaterial-Speicher. Vorzugsweise umfasst das Entfernen des Produkts aus den Tiegeln das Einfüllen des Produkts in einen Produkt-Speicher.

[0047] Die Hochtemperatur-Vorrichtung ist insbesondere ausgebildet zum Dauerbetrieb und/oder zur Produktion nicht nur im Labormaßstab, sondern im industriellen Maßstab. Insbesondere ist die Hochtemperatur-Vorrichtung ausgebildet zum Herstellen von zumindest 3 kg und/oder 15 mol Produkt pro Stunde.

[0048] Vorzugsweise ist die Hochtemperatur-Vorrichtung ausgebildet zum Herstellen von zumindest 10 Tonnen pro Jahr, insbesondere zumindest 100 Tonnen pro Jahr, besonders bevorzugt zumindest 250 Tonnen pro Jahr an Wolframschmelzcarbid.

[0049] Aufgrund der Skalierbarkeit ist eine Obergrenze nur durch den Aufwand bei der Herstellung der Hochtemperatur, Vorrichtung begrenzt und beispielsweise bei 5000 t pro Jahr.

[0050] Vorzugsweise besitzt die Hochtemperatur-Vorrichtung ein Spektrometer. Mittels des Spektrometers kann eine zeitliche Veränderung des Spektrums des Lichts, das vom Tiegelinhalt emittiert wird, erfasst werden. Vorzugsweise umfasst die Hochtemperatur-Vorrichtung eine Steuereinheit, die ausgebildet ist zum automatischen Ansteuern des Heizers in Abhängigkeit von Messdaten des Spektrometers. Beispielsweise ist die Steuereinheit ausgebildet zum automatischen Beenden des Heizens, wenn eine Abweichung des momentan gemessenen Spektrums von einem Ziel-Spektrum kleiner ist als ein vorgegebener Schwellenwert. Die Abweichung wird beispielsweise berechnet als mittlerer quadratischer Fehler von momentanem Spektrum und Ziel-Spektrum.

[0051] Vorzugsweise besitzt die Hochtemperatur-Vorrichtung ein Pyrometer. Vorzugsweise ist die Steuereinheit ausgebildet zum automatischen Ansteuern des Heizers in Abhängigkeit von Messdaten des Pyrometers. Beispielsweise ist die Steuereinheit ausgebildet zum automatischen Beenden des Heizers, wenn eine vorgegebene Ziel-Temperatur überschritten wird.

[0052] Gemäß einer Ausführungsform hat zumindest ein Tiegel, insbesondere zumindest eine Mehrheit der Tiegel, ein Volumen von höchstens 10 Milliliter, insbesondere höchstens 5 Milliliter.

[0053] Im Folgenden wird die Erfindung anhand der beigefügten Zeichnung näher erläutert. Dabei zeigt

Figur 1 in der Teilfigur 1a eine schematische perspektivische Ansicht einer Hochtemperatur-Vorrichtung in Form ei-

ner Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung gemäß einer ersten Ausführungsform der Erfindung zum Durchführen eines erfindungsgemäße Verfahrens und in der Teilfigur 1b einen Plasmakopf, der in Teilfigur 1a verdeckt ist,

5 Figur 2 eine perspektivische Ansicht einer Hochtemperatur-Vorrichtung in Form einer Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung gemäß einer zweiten Ausführungsform der Erfindung zum Durchführen eines erfindungsgemäßen Verfahrens, und

10 Figur 3 eine Draufsicht auf eine schematische Ansicht eine perspektivische Ansicht einer Hochtemperatur-Vorrichtung in Form eines HochtemperaturReaktors gemäß einer dritten Ausführungsform der Erfindung zum Durchführen eines erfindungsgemäße Verfahrens.

[0054] Figur 1a zeigt eine schematische perspektivische Ansicht einer Hochtemperatur-Vorrichtung 10 in Form einer Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung 12, die Tiegel 14.n ($n = 1, 2, \dots N$) aufweist, nämlich einen ersten Tiegel 14.1, einen zweiten Tiegel 14.2 und einen dritten Tiegel 14.3 aufweist. Zudem kann die Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung wie im vorliegenden Fall weitere Tiegel aufweisen. Die Tiegel 14.n sind als Vertiefungen in einer Platte 16.1 ausgebildet, die im vorliegenden Fall als Leiste ausgebildet ist, und bilden einen Tiegel-Innenraum 17. Die Platte 16.1 ist beispielsweise aus Kupfer gefertigt.

20 **[0055]** Die Hochtemperatur-Schmelzrichtung 10 umfasst eine Kühlvorrichtung 18, die beispielsweise einen Kühlfluid-Einlass 20 und einen Kühlfluid-Auslass 22 aufweist. Durch den Kühlfluid-Einlass 20 strömt kaltes Kühlfluid, insbesondere eine Kühlflüssigkeit wie beispielsweise Kühlwasser, in einen Kühlfluidraum, der in thermischen Kontakt mit der Platte 16.1 steht und diese dadurch kühlt. Erwärmtes Kühlfluid verlässt den Kühlfluidraum und wird zu einem nicht eingezeichneten Kühler geleitet, der das Kühlfluid abkühlt.

25 **[0056]** Die Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung 12 besitzt einen Heizer 24, der im vorliegenden Fall ein Plasmaheizer ist und einen Plasmakopf 26 in Form eines WIG-Brenners aufweist. Der Plasmakopf 26 ist in Figur 1b eingezeichnet und wird in Figur 1a von einem optionalen Schleppschuh 28 verdeckt.

[0057] Der Plasmakopf 26 besitzt eine Wolframelektrode 30, die von einer Schutzgasdüse 30 umgeben ist, durch die Schutzgas 34 austritt. Bei dem Schutzgas 34 handelt es sich beispielsweise um ein Edelgas, insbesondere Argon.

30 **[0058]** Es ist möglich, nicht aber notwendig, dass in den Schleppschuh 28 eine Schutzgasleitung 36 mündet, mittels derer weiteres Schutzgas 34 in den Schleppschuh 28 eingebracht werden kann. Die Komponenten der Hochtemperatur-Vorrichtung 10, die ausgebildet sind zum zuführen des Schutzgas 34 bilden einen Schutzgasausbringer 37, der zudem eine schematisch eingezeichnete Schutzgasquelle 39 aufweist.

[0059] Die Wolframelektrode 30 ist mittels einer Anschlussleitung 38 elektrisch kontaktiert, die die Wolframelektrode 30 mit einer Steuereinheit 40 verbindet, die eine Stromquelle 41 umfasst.

35 **[0060]** Der Plasmakopf 26 ist an einer Positioniervorrichtung 42 befestigt, die - wie im vorliegenden Fall - eine erste Linearachse 44.1 und eine zweite, senkrecht dazu wirkende zweite Linearachse 44.2 aufweist. Die erste Linearachse 44.1 bewegt den Plasmakopf 26 in eine Richtung R, entlang der die Tiegel 14.n hintereinander angeordnet sind. Durch Bewegen allein der ersten Linearachse 44.1 kann der Plasmakopf 26 so sukzessive über den Tiegeln 14.1, 14.2, 14.3 positioniert werden.

40 **[0061]** Figur 1c zeigt einen Querschnitt in Breitenrichtung durch den Tiegel 14.1. Eine lichte Breite B beträgt beispielsweise $B = 1,5 \pm 0,2$ cm. Eine Tiefe T beträgt beispielsweise $B = 1,5 \pm 0,2$ cm.

45 **[0062]** Schematisch eingezeichnet ist ein Lichtbogen 44. Dieser hat in einem aktiven Bereich A_a Kontakt mit einer Tiegel-Innenseite 46. Der aktive Bereich begrenzt eine gestrichelt eingezeichnete aktive Querschnittsfläche Q_a . Die aktive Querschnittsfläche Q_a ist im vorliegenden Fall $Q_a = 1 \text{ cm}^2$. Schematisch eingezeichnet ist ein Tiegelinhalt 48. Die lichte Breite B_a der aktiven Querschnittsfläche Q_a ist größer als die lichte Breite B des Tiegels, da der Tiegel einen mit der Höhe leicht zunehmenden Querschnitt hat und beispielsweise leicht konisch verläuft. Es gilt beispielsweise $B_a = 1,05 \text{ cm}$.

[0063] Aufgrund der Oberflächenspannung bildet sich beim Erhitzen ein schematisch eingezeichneter Schmelztropfen 47, dessen Oberfläche zu weniger als 2 Dritteln an der Tiegel-Innenseite anliegt.

50 **[0064]** Der Tiegelinhalt 48 kann beispielsweise aus einer Mischung aus Wolfram und Kohlenstoff bestehen, der durch Erhitzen zu Wolframkarbid reagiert. Alternativ kann der Tiegelinhalt 48 zu schmelzendes Wolfram oder ein anderes zu schmelzendes Refraktärmetall sein.

55 **[0065]** Figur 1d zeigt schematisch einen Schnitt durch einen Tiegel 14' gemäß einer alternativen Ausführungsform. Der Tiegel 14' hat eine Längserstreckung L, die auch als Länge L bezeichnet werden kann, die größer ist als die Breite B, insbesondere zumindest doppelt so groß. Beim Erhitzen des Tiegelinhalts 48 fährt der Heizer 24 vorzugsweise entlang der Längserstreckung L.

[0066] Die Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung 10 weist eine zweite Platte 16.2 auf. Allgemein weist die Hochtemperatur-Schmelzrichtung 10 Platten 16.j ($j = 1, \dots, J$) auf, wobei eine Plattenanzahl J im vorliegenden Fall $J = 4$ beträgt. Jeder der Platten 16.j besitzt m Tiegel. Beispielsweise kann wie im vorliegenden Fall $m = 20$ gelten, das aber nicht

notwendig.

[0067] Es ist möglich, dass jede Platte eine eigene Kühlvorrichtung aufweist, vorzugsweise ist die Kühlvorrichtung 18 aber ausgebildet zum Kühlen aller Platten 16.j.

[0068] Der Plasmakopf 26 ist mittels der Positioniervorrichtung 42 auch über den Tiegeln 14.m+1, 14.m+2,... der zweiten Platte 16.2 positionierbar.

[0069] Figur 2 zeigt eine zweite Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Hochtemperatur-Vorrichtung 10, die Plasmaköpfe 26.k (k = 1, 2, ..., K aufweist. Beispielsweise ist die Plasmakopfanzahl K wie im gezeigten Ausführungsbeispiel K = 3, sie kann aber auch zwei betragen oder größer als 3 sein. Mittels der Plasmaköpfe 26.k können k Tiegel parallel geheizt werden. Die Tiegel 14.i der in den Figuren Figur 1 und 2 gezeigten Hochtemperatur-Vorrichtungen 10 sind zur Umgebung hin offen, was heißt, dass sie nicht von einem gasdichten Gehäuse umgeben sind. Es ist aber auch möglich, dass die Ausführungsformen gemäß der Figuren 1 und 2 ein Gehäuse aufweisen, das die in Figur 1a gezeigten Komponenten umgibt.

[0070] Mittels eines schematisch eingezeichneten optionalen Spektrometers 51 wird ein Spektrum des vom Tiegelinhalt 48 emittierten Lichts erfasst und der Steuereinheit 40 zugeführt, die anhand den Heizvorgang beendet, wenn das gemessene Spektrum von einem vorgegebenen Ziel-Spektrum um weniger als einen vorgegebenen Schwellenwert abweicht. Die Abweichung wird beispielsweise durch die Summe der Quadrate der Abweichung zwischen gemessenem Spektrum und Ziel-Spektrum gemessen.

[0071] Mittels eines optionalen Pyrometers 53 kann die Temperatur des Tiegelinhalts 48 gemessen werden. Das Pyrometer 53 ist mit der Steuereinheit 40 verbunden. Beispielsweise beendet die Steuereinheit 40, wenn eine vorgegebene Ziel-Temperatur erreicht ist.

[0072] Figur 3 zeigt eine dritte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Hochtemperatur-Vorrichtung 10, insbesondere einer Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung 12, die ein Gehäuse 50 aufweist, das die Tiegel 14.i, den Heizer 24, insbesondere den Plasmakopf 26, und die Positioniervorrichtung 42 umfasst. Die Positioniervorrichtung 42 ist durch einen Drehantrieb gebildet, der die Platte 16 dreht. Die Tiegel 14.i sind im gleichen Abstand A zu einer Drehachse D der Platte 16 angeordnet. Durch Drehen der Platte 16 kann damit jeder Tiegel unter dem Plasmakopf 26 positioniert werden.

[0073] Die Hochtemperatur-Vorrichtung 10 umfasst eine Einbringvorrichtung 52 zum automatischen Einbringen von Ausgangsmaterial 54 in den jeweiligen Tiegel 14, im vorliegenden Fall in den Tiegel 14.N, umfassen. Die Einbringvorrichtung 52 kann einen Ausgangsmaterial-Speicher 56 aufweisen, in dem Ausgangsmaterial 48 gespeichert werden kann oder gespeichert ist.

[0074] Die Hochtemperatur-Vorrichtung 10 kann zudem kann eine Entnahmevorrichtung 58 aufweisen, mittels der ein Produkt 60, das beim Erhitzen des Tiegelinhalts entstanden ist, aus dem jeweiligen Tiegel, im vorliegenden Fall dem Tiegel 14.12, entnommen werden kann. Die Entnahmevorrichtung 58 kann einen Produkt-Speicher 62 aufweisen, in dem Produkt 60 gespeichert werden kann.

[0075] Mittels einer optionalen Schleuse 66, die auch Einbring-Schleuse genannt werden kann, kann Ausgangsmaterial 54 in das Gehäuse 50 eingeschleust und der Einbringvorrichtung 52 zugeführt werden. Mit einer ebenfalls optionalen zweiten Schleuse 68 kann Produkt 60 aus dem Gehäuse 50 ausgeschleust werden.

[0076] Sind ein Ausgangsmaterial-Speicher 56 und ein Produkt-Speicher 62 vorhanden, so wird im Rahmen eines erfindungsgemäßen Verfahrens beispielsweise Ausgangsmaterial in den Ausgangsmaterial-Speicher 56 eingefüllt und dann das Gehäuse 50 mit Schutzgas gefüllt. Danach wird das Ausgangsmaterial sukzessive in Tiegel gefüllt, erhitzt und danach im Produkt-Speicher gespeichert und danach entnommen. Auf diese Weise wird wenig Schutzgas benötigt.

[0077] Ausführungsbeispiel für eine erfindungsgemäße Verfahren: Die Tiegel 14.n einer erfindungsgemäßen Hochtemperatur-Vorrichtung 10 werden mittels eines Rakels der Einbringvorrichtung 52 mit pulverförmigem Ausgangsmaterial 54 gefüllt. Als Ausgangsmaterial 54 dient eine Mischung aus 35 Gewichtsprozent Wolframmetall und 65 Gewichtsprozent Wolframkarbid. Das Ausgangsmaterial 54 hat eine Korngröße von < 500µm, gemessen mittels Siebanalyse. Die drei Plasmaheizer 24 werden im DC-Modus gezündet und damit wurden drei Tiegel 14.1, 14.2, 14.3 parallel mit einer Leistung von 2-3 kW pro Plasmaheizer 24 für 3-5 Sekunden erwärmt.

[0078] Anschließend fahren die an der Positioniervorrichtung 42 befestigten Heizer 24 zum nächsten Tiegel. Dieser Vorgang wurde für alle Tiegel wiederholt. In den Reaktionen bildete sich bei ca. 2700°C eine Schmelze, die aufgrund der Kühlung schnell erstarrte. Bei dem so produzierten Produkt 60 handelt es sich um sogenanntes Wolfram-Schmelzkarbid. Das Produkt 60 zeichnete sich durch hohe Härte von etwa 2400 HV0,1 und eine fein gefiederte eutektisch erstarrte Struktur aus. In jedem der Tiegel 14.n befand sich etwa 1g Produkt, welches nach Abkühlen problemlos aus den Mulden entnommen werden konnte. Die Ausbeute gegenüber der Einwaage lag bei über 95%. Im Vergleich zum klassischen Induktionsverfahren werden etwa 30% elektrische Energie eingespart. In einer weiteren Variante des Beispiels 1 wurde reines Wolframmetall < 500µm als Rohstoff verwendet und analog bei ca. 3400°C problemlos geschmolzen. Dabei entstanden sphäroidische Teilchen mit einem Durchmesser von ca. 4mm.

Bezugszeichen

[0079]

5	10	Hochtemperatur-Vorrichtung	48	Tiegelinhalt
	12	Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung	50	Gehäuse
	14	Tiegel	51	Spektrometer
10	16	Platte	52	Einbringvorrichtung
	17	Tiegel-Innenraum	53	Pyrometer
	18	Kühlvorrichtung	54	Ausgangsmaterial
	20	Kühlfluid-Einlass	56	Ausgangsmaterial-Speicher
	22	Kühlfluid-Auslass	58	Entnahmevorrichtung
15	24	Heizer, Plasmaheizer	60	Produkt
	26	Plasmakopf	62	Produkt-Speicher
	28	Schleppschuh	A	Abstand
	30	Wolframelektrode	A _a	aktiver Bereich
20	32	Schutzgasdüse	B	lichte Breite des Tiegels
	34	Schutzgas	B _a	lichte Breite der aktiven Querschnittsfläche
	36	Schutzgasleitung	D	Drehachse
	37	Schutzgasausbringer	L	Längserstreckung
	38	Anschlussleitung	n	Zählindex (Tiegel)
25	39	Schutzgasquelle	N	Tiegelanzahl
	40	Steuereinheit	j	Zählindex (Platte)
	41	Stromquelle	J	Plattenanzahl
	42	Positioniervorrichtung	Q _a	Querschnittsfläche
30	44	Linearachse	T	Tiefe des Tiegels
	45	Lichtbogen	T _a	Tiefe der aktiven Querschnittsfläche
	46	Tiegel-Innenseite		
	47	Schmelztropfen		

Patentansprüche

1. Hochtemperatur-Vorrichtung (10), insbesondere Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) zum Schmelzen insbesondere eines Refraktärmetalls oder einer Refraktärmetallverbindung, mit
 - (a) einem ersten Tiegel (14),
 - (b) einem zweiten Tiegel (14),
 - (c) zumindest einem dritten Tiegel (14),
 - (d) einer Kühlvorrichtung (18) zum Kühlen des zumindest einen Tiegels (14),
 - (e) zumindest einem Heizer (24), der ausgebildet ist zum Erhitzen eines Tiegelinhalts (48), und
 - (f) einem Schutzgasausbringer (37) zum Erzeugen einer Schutzgasatmosphäre im Tiegel (14),
 - (g) wobei der Heizer (24) ausgebildet ist zum parallelen und/oder seriellen Erhitzen eines Tiegelinhalts (48) bestehend aus dem Refraktärmetall oder der Refraktärmetallverbindung.
2. Hochtemperatur-Vorrichtung (10) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Heizer (24)
 - (a) zumindest einen Plasmakopf (26) zum Erzeugen eines thermischen Plasmas und
 - (b) eine Positioniervorrichtung (42), die ausgebildet ist zum Bewegen des Plasmakopfs (26) relativ zu zumindest einem Tiegel (14).
3. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet,**

dass die Tiegel (14) zur Umgebung offen sind.

4. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass**

- (a) der Heizer (24) einen zweiten Plasmakopf (26) und zumindest einen dritten Plasmakopf (26) aufweist,
- (b) die Tiegel (14), der Heizer (24) und die Positioniervorrichtung (42) sind in einem gasdichten Gehäuse (50) untergebracht und
- (c) der Schutzgasausbringer (37) ausgebildet ist zum Erzeugen einer Schutzgasatmosphäre im Gehäuse (50).

5. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass**

- (a) der Plasmaheizer (24) ein Lichtbogen-Heizer ist, insbesondere ein Wolfram-Inertgas-Brenner,
- (b) die Tiegel (14)

bezüglich eines Querschnitts in Breitenrichtung eine Querschnittsfläche (Q_a) von höchstens 5 cm² hat und/oder eine lichte Breite (B , B_a) im Querschnitt von höchstens 5 cm hat,

- (c) der Tiegel (14) zumindest auf seiner einem Tiegel-Innenraum (17) zugewandten Oberfläche aus einem thermischen Leiter aufgebaut ist, der

- (i) eine elektrische Leitfähigkeit von zumindest 19 Megasiemens pro Meter, insbesondere zumindest 40 Megasiemens pro Meter und/oder
- (ii) eine Temperaturleitfähigkeit von zumindest 60 mm²/s hat und/oder
- (iii) eine Wärmeleitfähigkeit von zumindest 164 W/m*K hat.

6. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass**

- (a) der Tiegel (14) eine Längserstreckung (L) hat, die zumindest doppelt so groß ist wie eine Breitenerstreckung, die senkrecht zur Längserstreckung (L) verläuft, und
- (b) die Positioniervorrichtung (42) ausgebildet ist zum automatischen Bewegen des Plasmakopfs (26) während des Erhitzens des Tiegelinhalts (48).

7. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass**

zumindest ein Tiegel (14) als Vertiefung in einer Platte (16) ausgebildet ist,

8. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **gekennzeichnet durch**

- (a) eine Einbringvorrichtung (52) zum automatischen Einbringen von Ausgangsmaterial (54) in die Tiegel (14) und
- (b) eine Entnahmevorrichtung zum Entnehmen von Produkt aus dem Tiegel (14),
- (c) wobei die Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) ausgebildet ist zum automatischen Durchführen eines Verfahrens mit den Schritten:

- (i) Einbringen eines Ausgangsmaterial in den Tiegel (14),
- (ii) Positionieren des Plasmaheizers (24) und eines Tiegels (14) relativ zueinander, sodass der Tiegel-Innenraum (17) in einem Plasmastrahlbereich des Plasmaheizers (24), ist,
- (iii) Ansteuern des Plasmaheizers (24), sodass ein Tiegelinhalt im Tiegel (14) geschmolzen wird und/oder chemisch reagiert und ein Produkt entsteht,
- (iv) Kühlen des Tiegels (14) und
- (v) Entfernen des Produkts aus dem Tiegel (14).

9. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass**

(a) das Ansteuern des Plasmaheizers (24) so erfolgt, dass Ausgangsmaterial im Tiegel (14) auf eine Temperatur erhitzt wird, die oberhalb einer Schmelztemperatur des Tiegelmaterials liegt, das dem Tiegel-Innenraum (17) zugewandt ist und/oder

(b) eine Ausgangsmaterialmenge an Ausgangsmaterial so gewählt ist, dass beim Schmelzen des Tiegelinhalts (48) ein Schmelzetropfen (47) entsteht, dessen Oberfläche zu weniger als zwei Dritteln, insbesondere weniger als der Hälfte, an der Tiegel-Innenseite (46) anliegt.

10. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie ausgebildet ist zum automatischen Durchführen eines Verfahrens mit den Schritten:

- (i) Befüllen von Tiegeln (14) mit Ausgangsmaterial und/oder
- (ii) Entfernen des Produkts aus dem Tiegel (14).

11. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Schutzgasausbringer (37) einen Schleppschuh (28) aufweist.

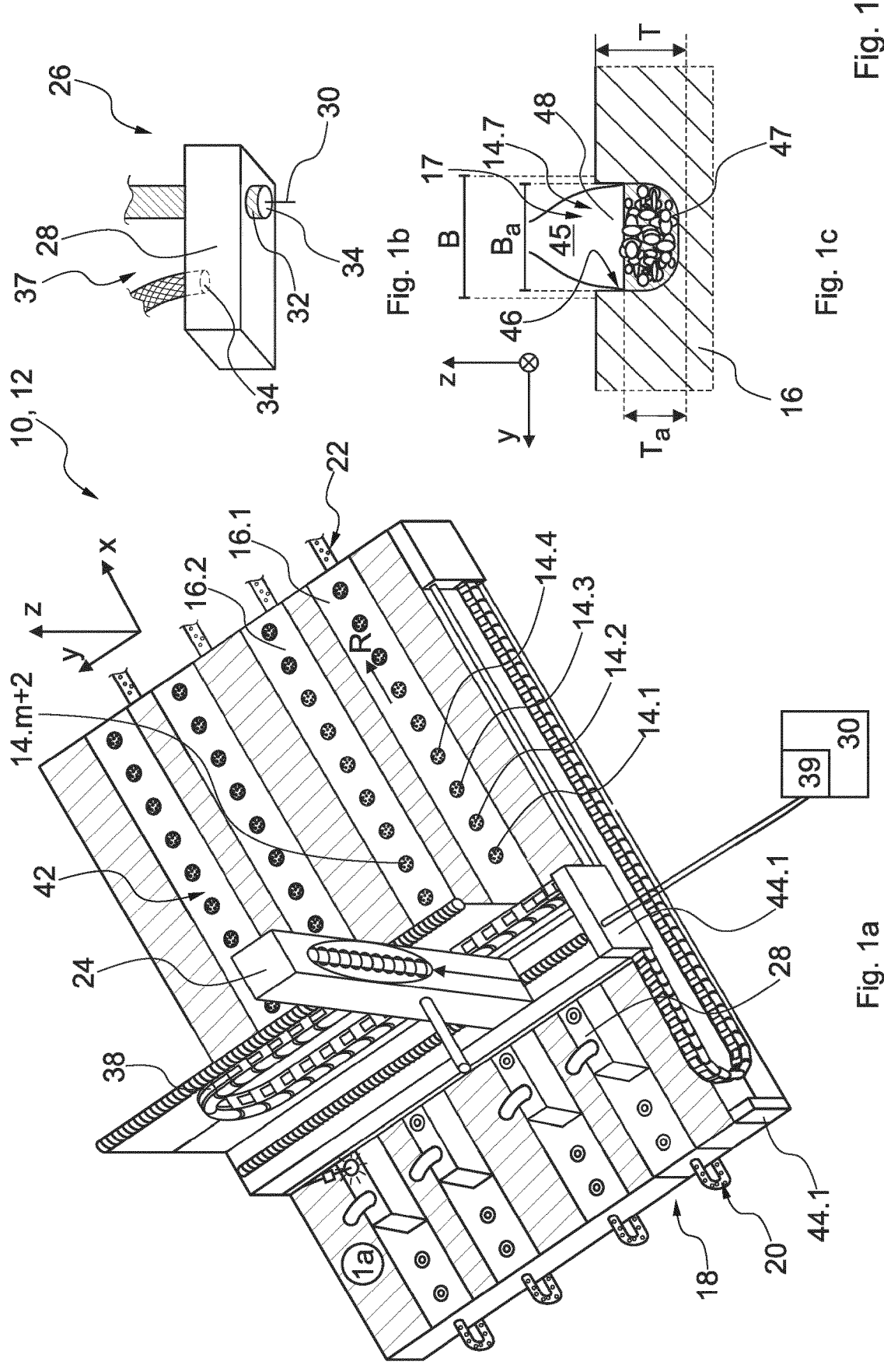
12. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie ausgebildet ist zum Herstellen von zumindest 3 kg Refraktärmetall oder einer Refraktärmetallverbindung pro Stunde und/oder von zumindest 10t/a, insbesondere zumindest 100t/a, oder 250t/a Wolframschmelzcarbid.

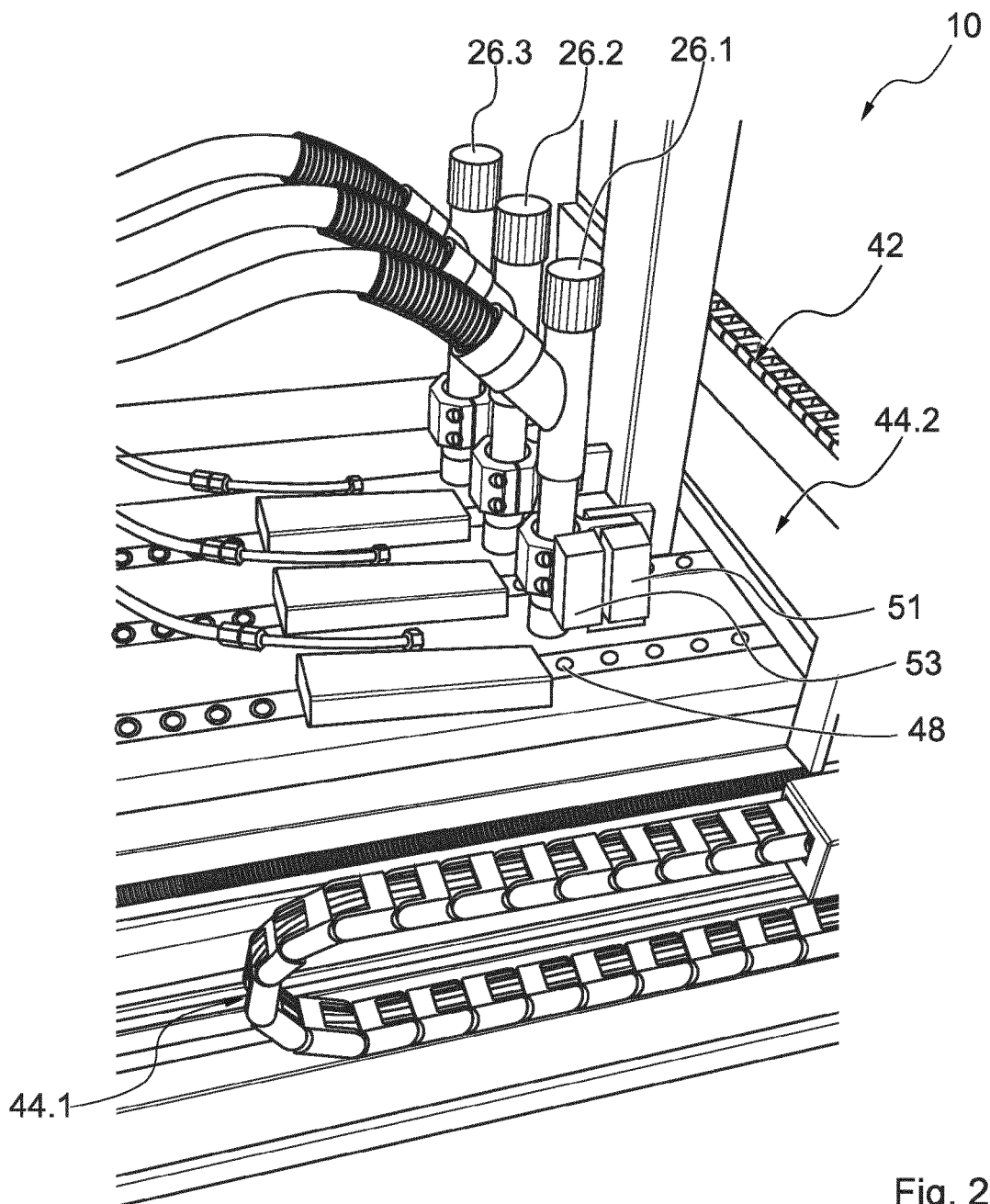
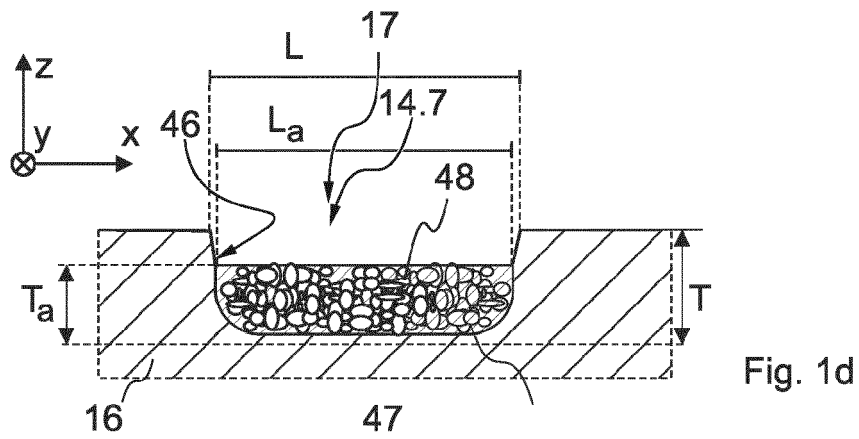
13. Hochtemperatur-Schmelzvorrichtung (12) nach einem der vorstehenden Ansprüche, **gekennzeichnet durch**

- (a) ein Spektrometer (51) und/oder
- (b) ein Pyrometer (53) und
- (c) eine Steuereinheit (40), die ausgebildet ist zum automatischen Ansteuern der Heizer (24) in Abhängigkeit von Messdaten des Spektrometers (51) und/oder des Pyrometers (53).

14. Verfahren zum Herstellen von Refraktärmetallpartikeln, Refraktärmetallkarbid oder-borid, mit den Schritten

- (a) Einbringen von Ausgangsmaterial aus Refraktärmetall oder zumindest einer Refraktärmetallverbindung, insbesondere Wolfram, Wolframkarbid, Mischung aus Wolfram und Kohlenstoff in zumindest drei Tiegel (14), die Tiegel (14) zur Umgebung offen sind, als Tiegelinhalt (48),
- (b) Kühlen der Tiegel (14),
- (c) Positionieren eines Heizers (24) zu den Tiegeln (14),
- (d) Erhitzen des Tiegelinhalts (48) mittels eines Heizers (24) auf über 1772°C,
- (e) wobei in die Tiegel (14) jeweils höchstens 3 Gramm pro Quadratzentimeter Tiegelfläche und/oder höchstens 10 Gramm Ausgangsmaterial eingebracht werden und
- (f) zumindest drei Tiegel (14) parallel und/oder seriell erhitzt werden.





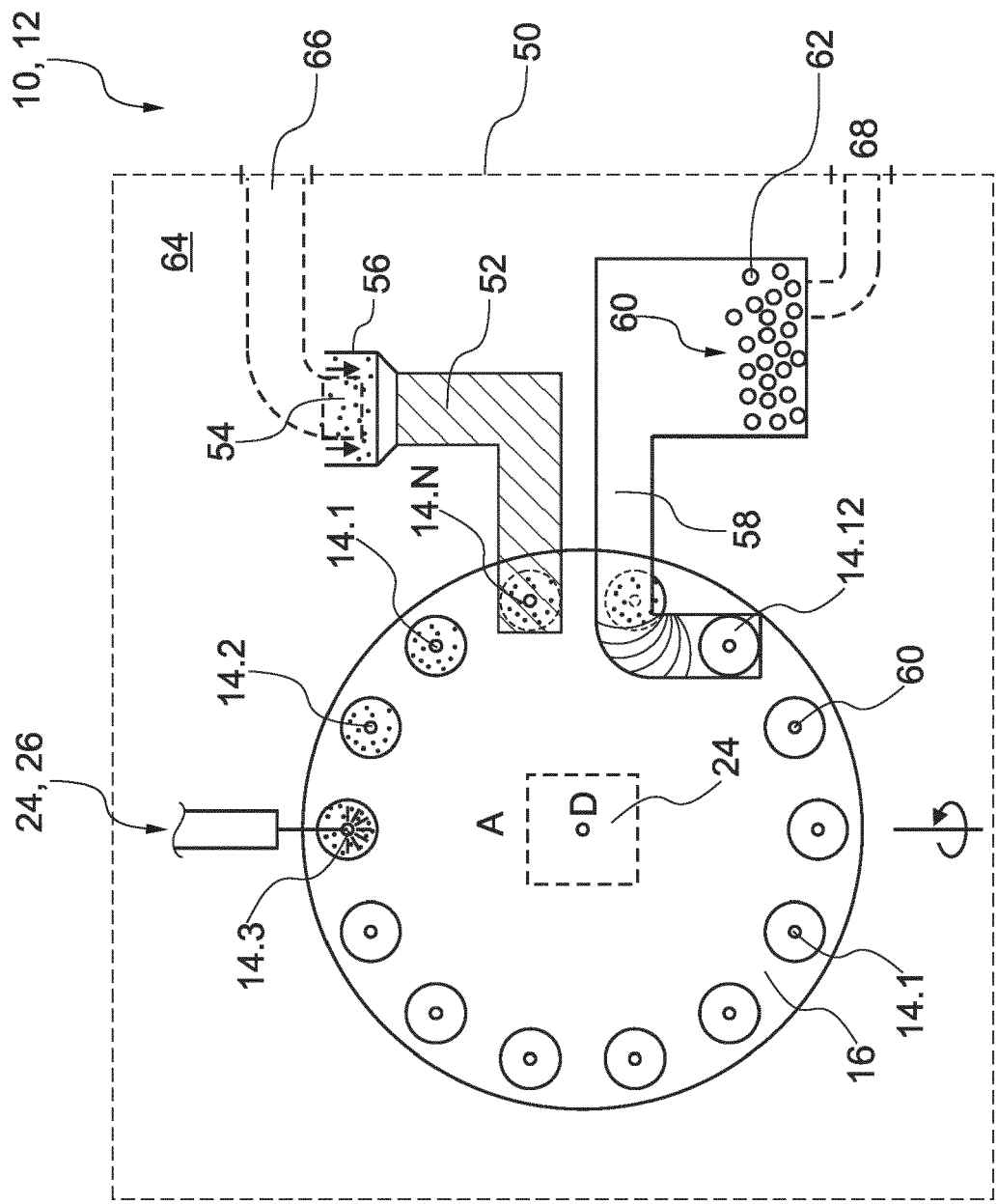


Fig. 3



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 23 20 4086

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	GB 809 561 A (HERAEUS GMBH W C) 25. Februar 1959 (1959-02-25) * Abbildung 1 * * Seite 1, Zeile 8 - Zeile 34 * * Seite 3, Zeile 30 - Zeile 37 * -----	1-14	INV. F27B14/04 F27B14/06 F27B14/10 F27B14/14 F27B14/20 C22B34/20 F27B17/02 C22B34/30 C22B34/10
X	GB 914 508 A (TITANIUM METALS CORP) 2. Januar 1963 (1963-01-02) * Seite 6, Zeile 16 - Zeile 63; Abbildung 3 * -----	1-14	
A,D	DE 44 20 496 A1 (WOKA SCHWEISTECHNIK GMBH [DE]) 14. Dezember 1995 (1995-12-14) * Abbildung 2 * -----	1-14	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
			F27B
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 22. März 2024	Prüfer Peis, Stefano
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

1
EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 23 20 4086

5 In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten
 Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

22-03-2024

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 809561	A	25-02-1959	KEINE
GB 914508	A	02-01-1963	FR 1294357 A GB 914508 A
DE 4420496	A1	14-12-1995	DE 4420496 A1 EP 0687650 A1

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- DE 4420496 A1 [0003]
- DE 3608693 A1 [0003]

In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- **R. KIEFFER et al.** Hartstoffe und Hartmetalle. Springer-Verlage, 1953 [0004]